

PCT

WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
Internationales Büro



INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation ⁷ : C08G 64/24, G11B 7/24		A1	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 00/39191
			(43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 6. Juli 2000 (06.07.00)
(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP99/09774		D-47800 Krefeld (DE). HAESE, Wilfried [DE/DE]; Osenauerstrasse 32, D-51519 Odenthal (DE).	
(22) Internationales Anmeldedatum: 10. Dezember 1999 (10.12.99)		(74) Gemeinsamer Vertreter: BAYER AKTIENGE- SELLSCHAFT; D-51368 Leverkusen (DE).	
(30) Prioritätsdaten: 198 59 690.1 23. Dezember 1998 (23.12.98) DE 198 59 692.8 23. Dezember 1998 (23.12.98) DE 199 04 408.2 4. Februar 1999 (04.02.99) DE		(81) Bestimmungsstaaten: AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).	
(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): BAYER AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE]; D-51368 Leverkusen (DE).		Veröffentlicht Mit internationalem Recherchenbericht. Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist; Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.	
(72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): KÜHLING, Steffen [DE/BE]; De Cauwerstraat 52, B-9100 Sint Niklaas (BE). LANZE, Rolf [DE/DE]; Aldekerker Strasse 42, D-47804 Krefeld (DE). PREIN, Michael [DE/DE]; An der Elfrather Mühle 229, D-47802 Krefeld (DE). NEUMANN, Rainer [DE/DE]; Kliebbruchstrasse 92, D-47803 Krefeld (DE). KAUTH, Hermann [DE/DE]; Sattlerdyk 6, D-47803 Krefeld (DE). KORDS, Christian [DE/DE]; Am Oberfeld 39, D-47829 Krefeld (DE). HEYDENREICH, Frieder [DE/DE]; Haydnstrasse 20, D-40593 Düsseldorf (DE). VAN OSSELAER, Tony [DE/DE]; Buschstrasse 171,			
(54) Title: POLYCARBONATES WITH A LOW YELLOWNESS INDEX			
(54) Bezeichnung: POLYCARBONATE MIT NIEDRIGEM YELLOWNESS-INDEX			
(57) Abstract			
The invention relates to polycarbonates with a low YI obtainable by the interphase method, to a method for their production according to which sodium bisphenol solutions with a dissolved oxygen content < 150 ppb are used, to a method for producing such sodium bisphenol solutions, and to substrates for optical memories with an improved transmission in the blue region of the spectrum.			
(57) Zusammenfassung			
Die vorliegende Erfindung betrifft nach dem Phasengrenzflächenprozeß erhältliche Polycarbonate mit niedrigem YI, ein Verfahren zu deren Herstellung, bei dem Natriumbisphenolat-Lösungen mit einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff < 150 ppb eingesetzt werden, sowie ein Verfahren zur Herstellung solcher Natriumbisphenolat-Lösungen, sowie Substrate für optische Datenspeicher mit verbesserter Transmission im blauen Spektralbereich.			

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidshan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	ML	Mali	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	MN	Mongolei	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MR	Mauretanien	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MW	Malawi	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MX	Mexiko	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CG	Kongo	KE	Kenia	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	PL	Polen		
CM	Kamerun	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CN	China	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CU	Kuba	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
CZ	Tschechische Republik	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DE	Deutschland	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
DK	Dänemark	LR	Liberia	SG	Singapur		
EE	Estland						

Polycarbonate mit niedrigem Yellowness-Index

Die vorliegende Erfindung betrifft nach dem Phasengrenzflächenprozeß erhältliche Polycarbonate mit niedrigem Yellowness-Index (YI) und hoher Transmission (TD),
5 ein Verfahren zu deren Herstellung, bei dem Natriumbisphenolat-Lösungen mit einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff <150 ppb eingesetzt werden, ein Verfahren zur Herstellung solcher Natriumbisphenolat-Lösungen, sowie Substrate für optische Datenspeicher mit verbesserter Transmission im blauen Spektralbereich.

10 Die Synthese von Polycarbonaten über den Phasengrenzflächenprozeß ist bekannt. Dabei wird angestrebt, möglichst farblose Polycarbonate mit hoher Transmission herzustellen. Ein Maß für die Eigenfärbung des Polycarbonats ist der Yellowness-Index (YI), ein Maß für die Lichtdurchlässigkeit der Transmissionswert (TD). Aufgabe der Erfindung war es, Polycarbonate mit möglichst niedrigem YI und hoher TD
15 bereitzustellen.

Es wurde nun gefunden, daß solche Polycarbonate erhalten werden können, wenn zu ihrer Herstellung Natriumbisphenolat-Lösungen mit einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff <150 ppb, bevorzugt <100 ppb, besonders bevorzugt <50 ppb eingesetzt
20 werden.

Gegenstand der Erfindung sind daher Polycarbonate, erhältlich durch Umsetzung von Phosgen mit einer Natriumbisphenolat-Lösung mit einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff <150 ppb, bevorzugt <100 ppb, besonders bevorzugt <50 ppb, nach dem
25 Phasengrenzflächenverfahren, wie es beispielsweise in DE-OS 42 27 372 beschrieben ist, unter Sauerstoffausschluß. In der Reaktionskessel und Rohrreaktor umfassenden Konfigurationsschleife sind Umpumpschleife und Rohrreaktoren geflutet und der Reaktionskessel mit Stickstoff überlagert, so daß Sauerstoffausschluß gewährleistet wird.

Diese Polycarbonate sind besonders geeignet zur Herstellung optischer Datenspeicher, beispielsweise von compact disks (CD), magneto-optischen disks (MOD) oder DVD, die mit kurzwelligem Laserlicht (< 500 nm, bevorzugt 400 bis 450 nm) beschrieben oder gelesen werden.

5

Gegenstand der Erfindung ist auch ein Verfahren zur Herstellung solcher Polycarbonate nach dem Phasengrenzflächenverfahren, bei dem Phosgen mit einer Natriumbisphenolat-Lösung mit einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff < 150 ppb, bevorzugt < 100 ppb, besonders bevorzugt < 50 ppb unter Sauerstoffausschluß umgesetzt wird.

10

Gegenstand der Erfindung ist weiterhin ein Verfahren zur Herstellung von Natriumbisphenolat-Lösungen mit einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff < 150 ppb, bevorzugt < 100 ppb, besonders bevorzugt < 50 ppb, bei dem Bisphenole mit einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff < 10 ppb mit einer wäßrigen NaOH-Lösung mit einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff < 100 ppb unter Sauerstoffausschluß umgesetzt werden.

15

Erfindungsgemäß einsetzbare Bisphenole sind solche, die erhältlich sind durch Umsetzung von aromatischen Hydroxyverbindungen, die in p-Position nicht substituiert sind und keine Substituenten zweiter Ordnung wie Cyano-, Carboxy- oder Nitrogruppen enthalten, beispielsweise Phenol, o- und m-Kresol, 2,6-Dimethylphenol, o-tert.-Butylphenol, 2-Methyl-6-tert.-Butylphenol, o-Cyclohexylphenol, o-Phenylphenol, o-Isopropylphenol, 2-Methyl-6-cyclopentylphenol, o- und m-Chlorphenol, 2,3,6-Trimethylphenol, bevorzugt Phenol, o- und m-Kresol, 2,6-Dimethylphenol, o-tert.-Butylphenol und o-Phenylphenol; besonders bevorzugt Phenol, und Ketonen mit wenigstens einer aliphatischen Gruppe an der Carbonylfunktion, beispielsweise Aceton, Methylethylketon, Methylpropylketon, Methylisopropylketon, Diethylketon, Acetophenon, Cyclohexanon, Cyclopentanon, Methyl-, Dimethyl- und Trimethylcyclohexanonen, die auch geminale Methylgruppen aufweisen können, z.B. 3,3-Dimethyl-5-methylcyclohexanon (Hydroisophoron), bevorzugt Aceton, Acetophenon, Cyclohexanon und dessen Methylgruppen tragende Homologe; besonders bevorzugt Aceton.

20

25

30

Durch intensive Stickstoffinertisierung beim Herstellungsprozeß wird sichergestellt, daß der Restgehalt an gelöstem Sauerstoff in den Bisphenolen weniger als 10 ppb beträgt.

- 5 Die Bisphenole werden unter Sauerstoffausschluß (Stickstoff-Inertisierung) mit wäßrigen NaOH-Lösungen umgesetzt, die einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff <100 ppb, bevorzugt <20 ppb aufweisen. Die Konzentration der wäßrigen NaOH wird bevorzugt so gewählt, daß die Konzentration der resultierenden Natriumbisphenolat-Lösung möglichst nahe an der Löslichkeitsgrenze liegt, d.h. im Bereich von
10 13 bis 16 Gew.-%, bevorzugt 14 bis 15,5 Gew.-%. Das Molverhältnis von NaOH zu Bisphenol beträgt 1,8:1 bis 2,5:1, bevorzugt 1,9:1 bis 2,4:1. besonders bevorzugt 2,0:1 bis 2,3:1. Das Bisphenol kann als Feststoff in der NaOH gelöst werden, bevorzugt wird es jedoch, ohne den festen Zustand durchlaufen zu haben, direkt als Schmelze der NaOH zugesetzt, so daß Lösungen mit einer Temperatur von 20°C bis
15 90°C, bevorzugt 30°C bis 70°C, erhalten werden.

- Die zur Herstellung der Natriumbisphenolat-Lösung eingesetzte, nahezu sauerstofffreie wäßrige NaOH kann durch Elektrolyse hergestellt werden. Lagerung und Transport der NaOH nach der Herstellung müssen unter Inertgas erfolgen. Für den
20 Einsatz im erfindungsgemäßen Verfahren wird die Konzentration der bei der Elektrolyse erhaltenen NaOH in der Regel durch Verdünnen mit nahezu sauerstofffreiem vollentsalztem Wasser (VE-Wasser) erniedrigt. Das VE-Wasser wird in im Prinzip bekannter Weise, z.B. katalytisch, durch Entgasen oder Strippen mit Inertgas von Sauerstoff befreit.

- 25 Die durch das erfindungsgemäße Verfahren hergestellten Natriumbisphenolat-Lösungen weisen besonders niedrige Farbzahlen auf, die naturgemäß auch abhängig sind von der Farbzahl des eingesetzten Bisphenols. Bei Verwendung eines Bisphenols mit einer Farbzahl <10 Hz lassen sich Farbzahlen von <1,5 Hz, bevorzugt <1,0 Hz
30 erzielen.

Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Natriumbisphenolat-lösungen weisen darüber hinaus eine deutlich verbesserte Lagerstabilität auf. So zeigt eine über 3 Stunden bei 40°C unter Inertgasbedingungen gelagerte Natriumbisphenolat-lösung, die einen Sauerstoffgehalt von 20 ppb aufweist, nur eine Farbzahlverschlechterung von 0,5 Hz, während bei einer Lösung mit einem Sauerstoffgehalt von 250 ppb eine Farbzahlverschlechterung von 3,5 Hz beobachtet wird.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung sind die mit den erfindungsgemäßen Polycarbonaten herstellbare Substrate für optische Datenspeicher sowie die aus den Substraten herstellbaren optischen Datenspeicher.

Um höhere Speicherdichten bei optischen Datenspeichern realisieren zu können, ist ein Ersatz der bislang verwendeten Schreib-Lesesysteme, die mit Licht im roten Spektralbereich arbeiten, durch solche, die Wellenlängen im blauen Spektralbereich, speziell von 400 bis 450 nm Wellenlänge verwenden, vorgesehen. Hierfür ist erforderlich, daß die zur Herstellung der optischen Datenspeicher eingesetzten Substrate eine möglichst hohe Transmission in diesem Wellenlängenbereich aufweisen. Dies ist entscheidend für ein gutes Signal-Rausch-Verhältnis und eine lange Lebensdauer des Datenträgers.

Es wurde nun gefunden, daß Substrate mit den gewünschten Eigenschaften hergestellt werden können aus Polycarbonat, welches unter Verwendung von Natriumbisphenolat-Lösungen mit einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff <150 ppb, bevorzugt <100 ppb, besonders bevorzugt <50 ppb hergestellt wurde.

Gegenstand der Erfindung sind Substrate für optische Datenspeicher aus Polycarbonat, das erhältlich ist durch Umsetzung von Phosgen mit einer Natriumbisphenolat-Lösung mit einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff <150 ppb, bevorzugt <100 ppb, besonders bevorzugt <50 ppb, nach dem Phasengrenzflächenverfahren, wie es beispielsweise in DE-OS 42 27 372 beschrieben ist, unter Sauerstoffausschluß.

Die erfindungsgemäßen Substrate können aus Homo- oder Copolycarbonaten hergestellt werden. Bevorzugt werden Bisphenol A-Polycarbonat oder Copolymere auf Grundlage von Bisphenol A und Bisphenol TMC oder Bisphenol M und Bisphenol TMC eingesetzt.

In der Reaktionskessel und Rohrreaktor umfassenden Konfigurationsschleife sind Umpumpschleife und Rohrreaktoren geflutet und der Reaktionskessel mit Stickstoff überlagert, so daß Sauerstoffausschluß gewährleistet wird.

10

Diese Substrate werden eingesetzt für die Herstellung optischer Datenspeicher, beispielsweise von compact disks (CD), magneto-optischen disks (MOD) oder digital versatile disks (DVD bzw. high-density DVD), die mit kurzwelligem Laserlicht (< 500 nm, bevorzugt 400 bis 450 nm) beschrieben und/oder gelesen werden.

15

Gegenstand der Erfindung sind auch die aus den Substraten hergestellten optischen Datenspeicher, die aus den Substraten in dem Fachmann im Prinzip bekannter Weise hergestellt werden.

20

Bei der Herstellung des Polycarbonats für die erfindungsgemäßen Substrate werden Natriumbisphenolat-Lösungen mit einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff <150 ppb, bevorzugt <100 ppb, besonders bevorzugt <50 ppb eingesetzt, die durch Umsetzung von Bisphenolen mit einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff <10 ppb mit einer wäßrigen NaOH-Lösung mit einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff <100 ppb unter Sauerstoffausschluß erhältlich sind.

25

30

Erfindungsgemäß einsetzbare Bisphenole sind solche, die erhältlich sind durch Umsetzung von aromatischen Hydroxyverbindungen, die in p-Position nicht substituiert sind und keine Substituenten zweiter Ordnung wie Cyano-, Carboxy- oder Nitrogruppen enthalten, beispielsweise Phenol, o- und m-Kresol, 2,6-Dimethylphenol, o-tert.-Butylphenol, 2-Methyl-6-tert.-Butylphenol, o-Cyclohexylphenol, o-Phenylphenol, o-Isopropylphenol, 2-Methyl-6-cyclopentyl-phenol, o- und m-Chlorphenol, 2,3,6-

- Trimethylphenol, bevorzugt Phenol, o- und m-Kresol, 2,6-Dimethylphenol, o-tert.-Butylphenol und o-Phenyl-phenol; besonders bevorzugt Phenol, und Ketonen mit wenigstens einer aliphatischen Gruppe an der Carbonylfunktion, beispielsweise Aceton, Methylethylketon, Methylpropylketon, Methylisopropylketon, Diethylketon, 5 Acetophenon, Cyclohexanon, Cyclopentanon, Methyl-, Dimethyl- und Trimethylcyclohexanonen, die auch geminale Methylgruppen aufweisen können, z.B. 3,3,5-Trimethylcyclohexanon (Hydroisophoron), bevorzugt Aceton, Acetophenon, Cyclohexanon und dessen Methylgruppen tragende Homologe; besonders bevorzugt Aceton. Weiterhin kann als Bisphenol auch 1,3-Bis[1-(4-hydroxyphenyl)-1-methylethyl]benzol 10 (Bisphenol M, CAS-No. 13595-25-0) eingesetzt werden. Dessen Herstellung ist beschrieben in US-PS 5,633,060. Durch intensive Stickstoffinertisierung beim Herstellungsprozeß wird sichergestellt, daß der Restgehalt an gelöstem Sauerstoff in den Bisphenolen weniger als 10 ppb beträgt.
- 15 Die Bisphenole werden unter Sauerstoffausschluß (Stickstoff-Inertisierung) mit wäßrigen NaOH-Lösungen umgesetzt, die einen Gehalt an gelöstem Sauerstoff <100 ppb, bevorzugt <20 ppb aufweisen. Die Konzentration der wäßrigen NaOH wird bevorzugt so gewählt, daß die Konzentration der resultierenden Natriumbisphenolat-Lösung möglichst nahe an der Löslichkeitsgrenze liegt, d.h. im Falle von 20 Bisphenol A im Bereich von 13 bis 16 Gew.-%, bevorzugt 14 bis 15,5 Gew.-%. Das Molverhältnis von NaOH zu Bisphenol beträgt 1,8:1 bis 2,5:1, bevorzugt 1,9:1 bis 2,4:1, besonders bevorzugt 2,0:1 bis 2,3:1. Das Bisphenol kann als Feststoff in der NaOH gelöst werden, bevorzugt wird es jedoch, ohne den festen Zustand durchlaufen zu haben, direkt als Schmelze bei Temperaturen von 20°C bis 90°C, bevorzugt 30°C 25 bis 70°C, der NaOH zugesetzt. Es können selbstverständlich auch Mischungen unterschiedlicher Bisphenole eingesetzt werden, beispielsweise Mischungen von Bisphenol A und Bisphenol TMC (1,1-Bis[4-hydroxyphenyl]-3,3,5-trimethylcyclohexan).
- 30 Die zur Herstellung der Natriumbisphenolat-Lösung eingesetzte, nahezu sauerstofffreie wäßrige NaOH kann durch Elektrolyse hergestellt werden. Lagerung und

Transport der NaOH nach der Herstellung müssen unter Inertgas erfolgen. Für den Einsatz im erfindungsgemäßen Verfahren wird die Konzentration der bei der Elektrolyse erhaltenen NaOH in der Regel durch Verdünnen mit nahezu sauerstofffreiem vollentsalztem Wasser (VE-Wasser) erniedrigt. Das VE-Wasser wird in im
5 Prinzip bekannter Weise, z.B. katalytisch, durch Entgasen oder Strippen mit Inertgas von Sauerstoff befreit.

Die so erhaltenen Natriumbisphenolat-Lösungen weisen besonders niedrige Farbzahlen auf, die naturgemäß auch abhängig sind von der Farbzahl des eingesetzten
10 Bisphenols. Bei Verwendung eines Bisphenols mit einer Farbzahl <10 Hz lassen sich Farbzahlen von $<1,5$ Hz, bevorzugt $<1,0$ Hz erzielen.

Beispiele

Die Bestimmung der Farbzahlen erfolgte nach ASTM D 1686 durch Messung der Absorption bis 400 nm bei einer Durchstrahlungstrecke von 50 cm. Der yellowness index YI wurde nach ASTM D 1925, die Transmission nach ASTM D 1003 gemessen. Die relative Lösungsviskosität wurde an einer 5g Polymer/l enthaltenden Lösung in Dichlormethan bei 25°C bestimmt.

Beispiel 1

Zur Herstellung von 1,022 t/h einer 15 %igen wäßrigen NaBPA-Lösung werden 867,5 kg/h 6,5 %ige NaOH und 154,5 kg/h BPA-Schmelze kontinuierlich zusammengebracht. Der gesamte Prozeß ist mit Stickstoff inertisiert. Die 6,5 %ige NaOH weist einen Sauerstoffgehalt von 10 ppb auf. Die Hazen-Farbzahl der resultierenden 15 %igen wäßrigen NaBPA beträgt 0,5 Hz. Diese NaBPA-Lösung wird zur Herstellung von Polycarbonat nach dem Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt. Der YI (yellowness index) des resultierenden Polycarbonats mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,200 beträgt 1,45.

Beispiel 2

Die in Beispiel 1 erhaltene NaBPA-Lösung wird zur Herstellung eines Polycarbonats mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,315 nach dem Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt. Der YI (yellowness index) des resultierenden Polycarbonats beträgt 2,2.

Beispiel 3

Zur Herstellung von 1,022 t/h einer 15 %igen wäßrigen NaBPA-Lösung werden 867,5 kg/h 6,5 %ige NaOH und 154,5 kg/h BPA-Schmelze kontinuierlich zusammengebracht. Der gesamte Prozeß ist mit Stickstoff inertisiert. Die 6,5 %ige NaOH weist einen Sauerstoffgehalt von 100 ppb auf. Die Hazen-Farbzahl der resultierenden

15 %igen wäßrigen NaBPA beträgt 1,3 Hz. Diese NaBPA-Lösung wird zur Herstellung von Polycarbonat nach dem Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt. Der YI (yellowness index) des resultierenden Polycarbonats mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,200 beträgt 1,75.

5

Beispiel 4

Die in Beispiel 3 erhaltene NaBPA-Lösung wird zur Herstellung eines Polycarbonats mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,315 nach dem Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt. Der YI (yellowness index) des resultierenden Polycarbonats beträgt 2,5.

10

Beispiel 5

Zur Herstellung von 1,022 t/h einer 15 %igen wäßrigen NaBPA-Lösung werden 867,5 kg/h 6,5 %ige NaOH und 154,5 kg/h BPA-Schmelze kontinuierlich zusammengebracht. Der gesamte Prozeß ist mit Stickstoff inertisiert. Die 6,5 %ige NaOH weist einen Sauerstoffgehalt von 150 ppb auf. Die Hazen-Farbzahl der resultierenden 15 %igen wäßrigen NaBPA beträgt 1,9 Hz. Diese NaBPA-Lösung wird zur Herstellung von Polycarbonat nach dem Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt. Der YI (yellowness index) des resultierenden Polycarbonats mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,200 beträgt 1,85.

15

20

Beispiel 6

Die in Beispiel 5 erhaltene NaBPA-Lösung wird zur Herstellung eines Polycarbonats mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,315 nach dem Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt. Der YI (yellowness index) des resultierenden Polycarbonats beträgt 2,7.

25

Vergleichsbeispiel 7

Zur Herstellung von 1,022 t/h einer 15 %igen wäßrigen NaBPA-Lösung werden 867,5 kg/h 6,5 %ige NaOH und 154,5 kg/h BPA-Schmelze kontinuierlich zusammengebracht. Der gesamte Prozeß ist mit Stickstoff inertisiert. Die 6,5 %ige NaOH

30

weist einen Sauerstoffgehalt von 200 ppb auf. Die Hazen-Farbzahl der resultierenden 15 %igen wäßrigen NaBPA beträgt 1,9 Hz. Diese NaBPA-Lösung wird zur Herstellung von Polycarbonat nach dem Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt. Der YI (yellowness index) des resultierenden Polycarbonats mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,200 beträgt 1,9.

Vergleichsbeispiel 8

Die in Vergleichsbeispiel 7 erhaltene NaBPA-Lösung wird zur Herstellung eines Polycarbonats mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,315 nach dem Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt. Der YI (yellowness index) des resultierenden Polycarbonats beträgt 2,8.

Vergleichsbeispiel 9

Zur Herstellung von 1,022 t/h einer 15 %igen wäßrigen NaBPA-Lösung werden 867,5 kg/h 6,5 %ige NaOH und 154,5 kg/h BPA-Schmelze kontinuierlich zusammengebracht. Der gesamte Prozeß ist mit Stickstoff inertisiert. Die 6,5 %ige NaOH weist einen Sauerstoffgehalt von 250 ppb auf. Die Hazen-Farbzahl der resultierenden 15 %igen wäßrigen NaBPA beträgt 2 Hz. Diese NaBPA-Lösung wird zur Herstellung von Polycarbonat nach dem Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt. Der YI (yellowness index) des resultierenden Polycarbonats mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,200 beträgt 1,90.

Vergleichsbeispiel 10

Die in Vergleichsbeispiel 9 erhaltene NaBPA-Lösung wird zur Herstellung eines Polycarbonats mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,315 nach dem Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt. Der YI (yellowness index) des resultierenden Polycarbonats beträgt 2,8.

Beispiel 11

Die in Beispiel 1 erhaltene NaBPA-Lösung wird zur Herstellung eines durch Zusatz weniger ppm blauer oder violetter organischer Farbstoffe gebläuten Polycarbonats mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,297 nach dem Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt. Die Lichtdurchlässigkeit (Transmission, ASTM D 1003) des resultierenden Polycarbonats beträgt 87,95%.

Beispiel 12

10

Die in Beispiel 3 erhaltene NaBPA-Lösung wird zur Herstellung eines gebläuten Polycarbonats (Zusatz identischer Mengen und Farbstoffe wie in Beispiel 11) mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,297 nach dem Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt. Die Lichtdurchlässigkeit (Transmission, ASTM D 1003) des resultierenden Polycarbonats beträgt 87,66%.

15

Beispiel 13

20

Die in Beispiel 5 erhaltene NaBPA-Lösung wird zur Herstellung eines gebläuten Polycarbonats (Zusatz identischer Mengen und Farbstoffe wie in Beispiel 11) mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,297 nach dem Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt. Die Lichtdurchlässigkeit (Transmission, ASTM D 1003) des resultierenden Polycarbonats beträgt 87,43%.

25

Vergleichsbeispiel 14

30

Die in Vergleichsbeispiel 7 erhaltene NaBPA-Lösung wird zur Herstellung eines gebläuten Polycarbonats (Zusatz identischer Mengen und Farbstoffe wie in Beispiel 11) mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,297 nach dem Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt. Die Lichtdurchlässigkeit (Transmission, ASTM D 1003) des resultierenden Polycarbonats beträgt 87,40%.

Vergleichsbeispiel 15

Die in Vergleichsbeispiel 9 erhaltene NaBPA-Lösung wird zur Herstellung eines
5 gebläuten Polycarbonats (Zusatz identischer Mengen und Farbstoffe wie in
Beispiel 6) mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,297 nach dem Phasengrenz-
flächenprozeß eingesetzt. Die Lichtdurchlässigkeit (Transmission, ASTM D 1003)
des resultierenden Polycarbonats beträgt 87,32%.

10 Die Abhängigkeit der Farbzahl der NaBPA-Lösung sowie der Transparenz und des
YI der daraus hergestellten Polycarbonate vom Sauerstoffgehalt sind in Fig. 1
wiedergegeben.

Beispiel 16

15 Zur Herstellung von 1,272 t/h einer wäßrigen Lösung von Natriumbisphenolat und
dem Dinatriumsalz des 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3-dimethyl-5-methylcyclo-
hexans (57mol%:43mol%) werden 79,35 kg/h 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3-di-
methyl-5-methylcyclohexan (wird vor dem Lösevorgang in einem Rührkessel durch
20 fünfmaliges Evakuieren und Befüllen mit Stickstoff vom Restsauerstoff befreit) mit
487,4 kg/h 6,5%iger NaOH unter Sauerstoffausschluß aufgelöst und mit einer
Lösung von 102,3 kg/h BPA (BPA wird als Schmelze kontinuierlich mit NaOH
zusammengebracht) in 603,4 kg/h 6,5%iger NaOH unter Sauerstoffausschluß
gemischt. Die eingesetzte 6,5%ige NaOH weist einen Sauerstoffgehalt von 10 ppb
25 auf. Die Hazen-Farbzahl der resultierenden wäßrigen Natriumbisphenolatlösung
beträgt 0,9 Hz.

Diese Na-Bisphenolat-Lösung wird zur Herstellung eines Copolycarbonats nach dem
Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt. Der Y.I. (yellowness index) des resultierenden
30 Copolycarbonats mit einer relativen Lösungsviskosität von 1.295 beträgt 2,4.

Beispiel 17

Zur Herstellung von 1,272 t/h einer wäßrigen Lösung von Natriumbisphenolat und dem Dinatriumsalz des 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3-dimethyl-5-methylcyclohexans (57mol%:43mol%) werden 79,35 kg/h 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3-dimethyl-5-methylcyclohexan (wird vor dem Lösevorgang in einem Rührkessel durch fünfmaliges Evakuieren und Befüllen mit Stickstoff vom Restsauerstoff befreit) mit 487,4 kg/h 6,5%iger NaOH unter Sauerstoffausschluß aufgelöst und mit einer Lösung von 102,3 kg/h BPA (BPA wird als Schmelze kontinuierlich mit NaOH zusammengebracht) in 603,4 kg/h 6,5%iger NaOH unter Sauerstoffausschluß gemischt. Die eingesetzte 6,5%ige NaOH weist einen Sauerstoffgehalt von 100 ppb auf. Die Hazen-Farbzahl der resultierenden wäßrigen Natriumbisphenolatlösung beträgt 1,2 Hz.

Diese Na-Bisphenolat-Lösung wird zur Herstellung eines Copolycarbonats nach dem Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt. Der Y.I. (yellowness index) des resultierenden Copolycarbonats mit einer relativen Lösungsviskosität von 1.295 beträgt 2,7.

Vergleichsbeispiel 18

Zur Herstellung von 1,272 t/h einer wäßrigen Lösung von Natriumbisphenolat und dem Dinatriumsalz des 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3-dimethyl-5-methylcyclohexans (57mol%:43mol%) werden 79,35 kg/h 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3-dimethyl-5-methylcyclohexan (wird vor dem Lösevorgang in einem Rührkessel durch fünfmaliges Evakuieren und Befüllen mit Stickstoff vom Restsauerstoff befreit) mit 487,4 kg/h 6,5%iger NaOH unter Sauerstoffausschluß aufgelöst und mit einer Lösung von 102,3 kg/h BPA (BPA wird als Schmelze kontinuierlich mit NaOH zusammengebracht) in 603,4 kg/h 6,5%iger NaOH unter Sauerstoffausschluß gemischt. Die eingesetzte 6,5%ige NaOH weist einen Sauerstoffgehalt von 250 ppb auf. Die Hazen-Farbzahl der resultierenden wäßrigen Natriumbisphenolatlösung beträgt 1,8 Hz. 250 ppb auf.

Diese Na-Bisphenolat-Lösung wird zur Herstellung eines Copolycarbonats nach dem Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt. Der Y.I. (yellowness index) des resultierenden Copolycarbonats mit einer relativen Lösungsviskosität von 1.295 beträgt 3,4.

5

Beispiel 19

Die in Beispiel 16 erhaltene Natriumbisphenolat-Lösung wird zur Herstellung eines durch Zusatz weniger ppm blauer oder violetter organischer Farbstoffe gebläuten Copolycarbonats mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,293 nach dem Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt. Die Lichtdurchlässigkeit (Transmission, ASTM D 1003) des resultierenden Polycarbonats beträgt 88,30%

10

Beispiel 20

15

Analog Beispiel 19 wird die in Beispiel 17 erhaltene Natriumbisphenolat-Lösung zur Herstellung eines durch Zusatz weniger ppm blauer oder violetter organischer Farbstoffe gebläuten Copolycarbonats mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,294 nach dem Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt. Die Lichtdurchlässigkeit (Transmission, ASTM D 1003) des resultierenden Polycarbonats beträgt 87,9%

20

Vergleichsbeispiel 21

Analog Beispiel 19 wird die in Vergleichsbeispiel 18 erhaltene Natriumbisphenolat-Lösung zur Herstellung eines durch Zusatz weniger ppm blauer oder violetter organischer Farbstoffe gebläuten Copolycarbonats mit einer relativen Lösungsviskosität von 1,296 nach dem Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt. Die Lichtdurchlässigkeit (Transmission, ASTM D 1003) des resultierenden Polycarbonats beträgt 87,0%

25

Die in den Beispielen 16, 17, 19 und 20 hergestellten höher wärmeformbeständigen Copolycarbonate sind besonders geeignet zur Herstellung von äußeren und inneren

30

Streuscheiben für Automobil-Reflektoren, bei denen gute Lichttransmission eine entscheidende Anforderung ist.

Beispiel 22

5

Zur Herstellung von 1,022 t/h einer 15 %igen wäßrigen NaBPA-Lösung werden 867,5 kg/h 6,5 %ige NaOH und 154,5 kg/h BPA-Schmelze kontinuierlich zusammengebracht. Der gesamte Prozeß ist mit Stickstoff inertisiert. Die 6,5 %ige NaOH weist einen Sauerstoffgehalt von 10 ppb auf. Die Hazen-Farbzahl der resultierenden 15 %igen wäßrigen NaBPA beträgt 0,5 Hz. Diese NaBPA-Lösung wird zur Herstellung von Polycarbonat nach dem Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt.

10

Vergleichsbeispiel 23

15

Zur Herstellung von 1,022 t/h einer 15 %igen wäßrigen NaBPA-Lösung werden 867,5 kg/h 6,5 %ige NaOH und 154,5 kg/h BPA-Schmelze kontinuierlich zusammengebracht. Der gesamte Prozeß ist mit Stickstoff inertisiert. Die 6,5 %ige NaOH weist einen Sauerstoffgehalt von 250 ppb auf. Die Hazen-Farbzahl der resultierenden 15 %igen wäßrigen NaBPA beträgt 2 Hz. Diese NaBPA-Lösung wird zur Herstellung von Polycarbonat nach dem Phasengrenzflächenprozeß eingesetzt.

20

Beispiel 24

Aus der in Beispiel 22 erhaltenen NaBPA-Lösung wurde ein Polycarbonat mit tert.-Butylphenol-Endgruppen und einer mittleren Viskositätszahl 40 (nach ISO 1628-1 gemessen) hergestellt. Dieses Polycarbonat wurde bei einer zulässigen Verarbeitungsfeuchte von 0,01% auf einer CD-Spritzgußmaschine vom Typ Netstal Discjet 600 zu CD-Rohlingen, die eine Dicke von 1,2 mm und einen Außendurchmesser von 120 mm aufweisen, verspritzt. Dabei wurde eine blanke Matrizie ohne Pitstruktur verwendet.

25

30

Die Verarbeitung des Granulates zu CD-Rohlingen erfolgte bei unterschiedlichen Maschineneinstellungen:

Einstellung 1:

5

Zylindertemperaturen:

Einzug	Kompression	Zylinderkopf	Düse
315°C	320°C	320°C	320°C

maximale Einspritzgeschwindigkeit: 130 mm/sec

10 Werkzeug (Vorlauftemperatur): 55 °C

Zykluszeit: 4,6 sec

Einstellung 2:

15 Zylindertemperaturen:

Einzug	Kompression	Zylinderkopf	Düse
315°C	340°C	350°C	350°C

maximale Einspritzgeschwindigkeit: 110 mm/sec

Werkzeug (Vorlauftemperatur): 55 °C

20 Zykluszeit: 4,9 sec

Bei Einstellung 2 wurden außerdem CDs hergestellt, nachdem die Maschine für 5 Minuten angehalten worden war. Währenddessen wurde die Maschineneinstellung nicht verändert. Die dritte Platte nach Wiederanfahren der Spritzgußmaschine wurde für die Messungen entnommen. Diese Versuchseinstellung ist in den Tabellen als Einstellung 2 (5min Maschinenstopp) bezeichnet.

25

Einstellung 3:

Zylindertemperaturen:

Einzug	Kompression	Zylinderkopf	Düse
315°C	360°C	380°C	380°C

5 maximale Einspritzgeschwindigkeit: 100 mm/sec

Werkzeug (Vorlauftemperatur): 55 °C

Zykluszeit: 5,5 sec

10 Die erhaltenen CD-Rohlinge wurden anschließend einer farbmtrischen Bewertung unterzogen. Die Messung erfolgt im Bereich der CD auf dem Radius 40mm. Dabei wurden folgende Meßverfahren herangezogen:

1. Transmission (auf Basis der Normen ASTM E 308 / ASTM D 1003)
- 15 Gerät: Pye-Unicam (Meßgeometrie: 0°/diffus, berechnet nach Lichtart C)
2. Yellownessindex YI nach ASTM E 313

Vergleichsbeispiel 25

20 Aus der in Vergleichsbeispiel 23 erhaltenen NaBPA-Lösung wurde ein Polycarbonat mit tert.-Butylphenol-Endgruppen und einer mittleren Viskositätszahl 40 (nach ISO 1628-1 gemessen) hergestellt.

25 Die in Beispiel 24 und Vergleichsbeispiel 25 erhaltenen Ergebnisse sind in den nachfolgenden Tabellen zusammengefaßt:

Tabelle 1

Transmission nach Einstellung 1 (320°C)						
Wellenlänge (nm)	400	410	420	430	440	450
Beispiel 24	88,18	88,47	88,72	88,89	89,09	89,24
Vergleichsbeispiel 25	87,98	88,29	88,57	88,78	89,00	89,15

Tabelle 2

5

Transmission nach Einstellung 2 (350°C)						
Wellenlänge (nm)	400	410	420	430	440	450
Beispiel 24	88,28	88,56	88,81	88,98	89,18	89,31
Vergleichsbeispiel 25	87,93	88,26	88,52	88,75	88,95	89,09

Tabelle 3

Transmission nach Einstellung 2 (5min Maschinenstopp)						
Wellenlänge (nm)	400	410	420	430	440	450
Beispiel 24	87,74	88,13	88,46	88,70	88,92	89,08
Vergleichsbeispiel 25	87,51	87,92	88,26	88,53	88,76	88,93

10

Tabelle 4

Transmission nach Einstellung 3 (380°C)						
Wellenlänge (nm)	400	410	420	430	440	450
Beispiel 24	88,15	88,46	88,75	88,97	89,14	89,28
Vergleichsbeispiel 25	87,93	88,27	88,57	88,81	89,00	89,14

Tabelle 5

<u>Yellownessindex</u>				
Einstellung	1 (320°C)	2 (350°C)	2 (350°C/5min)	3 (380°C)
Beispiel 24	0,85	0,83	1,01	0,87
Vergleichsbeispiel 25	0,96	0,95	1,13	0,97

Die Ergebnisse zeigen, erfindungsgemäß hergestellten CDs höhere Transmissions-
5 werte im blauen Spektralbereich, 400 und 450nm Wellenlänge, sowie niedrigere
Yellownessindex-Werte besitzen als die Vergleichs-CDs.

Damit besitzen die erfindungsgemäßen CDs ein besseres Signal-Rauschverhältnis im
Wellenlängenbereich von 400 bis 450 nm, was für optische Datenspeicher, die mit
10 kurzwelligem Laserlicht beschrieben oder gelesen werden, von großer Bedeutung ist.
Zudem ist die Lebensdauer der CD aufgrund geringerer Lichtabsorption des
Materials höher.

Patentansprüche

1. Polycarbonat, erhältlich durch Umsetzung von Phosgen mit einer Natriumbisphenolatlösung mit einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff <150 ppb nach dem Phasengrenzflächenverfahren unter Sauerstoffausschluß.
5
2. Verfahren zur Herstellung von Polycarbonat nach dem Phasengrenzflächenverfahren, bei dem Phosgen mit einer Natrium-Bisphenolatlösung mit einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff <150 ppb unter Sauerstoffausschluß umgesetzt wird.
10
3. Verfahren zur Herstellung von Natrium-Bisphenolatlösungen mit einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff <150 ppb, bei dem Bisphenole mit einem Gehalt an gelösten Sauerstoff <10 ppb mit einer wäßrigen NaOH-Lösung mit einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff <100 ppb unter Sauerstoffausschluß umgesetzt werden.
15
4. Substrate für optische Datenpeicher aus Polycarbonat, das erhältlich ist durch Umsetzung von Phosgen mit einer Natriumbisphenolat-Lösung mit einem Gehalt an gelöstem Sauerstoff <150 ppb nach dem Phasengrenzflächenverfahren unter Sauerstoffausschluß.
20
5. Optische Datenspeicher enthaltend ein Substrat gemäß Anspruch 1.
- 25 6. Verwendung der nach Anspruch 2 erhältlichen Polycarbonate zur Herstellung von Substraten für optische Datenspeicher.
7. Verwendung der Substrate nach Anspruch 4 zur Herstellung von optischen Datenspeichern.
30

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inter x Application No

PCT/EP 99/09774

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 C08G64/24 G11B7/24

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C08G

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	DATABASE WPI Section Ch, Week 199403 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A23, AN 1994-022980 XP002135668 & JP 05 331277 A (TEIJIN CHEM LTD), 14 December 1993 (1993-12-14) abstract	1-7
Y	DE 24 39 552 A (BAYER AG) 26 February 1976 (1976-02-26) claim 1 page 1, paragraph 2 -page 2, paragraph 2 page 5, paragraph 2 -/-	1-7

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- * & * document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

18 April 2000

Date of mailing of the international search report

27/04/2000

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Krische, D

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/EP 99/09774

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5 633 060 A (TOKUDA, TOSHIMASA ET AL) 27 May 1997 (1997-05-27) cited in the application claims 1,20; example 1 -----	4-7

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

information [redacted] nt family members

Inter: [redacted] ulation No

PCT/EP [redacted]/09774

Patent document cited in search report		Publication dat	Patent family member(s)	Publication date
JP 5331277	A	14-12-1993	NONE	
DE 2439552	A	26-02-1976	NONE	
US 5633060	A	27-05-1997	JP 8073584 A	19-03-1996
			JP 8081549 A	26-03-1996
			JP 8293128 A	05-11-1996
			EP 0691361 A	10-01-1996
			EP 0931804 A	28-07-1999

INTERNATIONAL RECHERCHENBERICHT

er. nales Aktenzeichen

PCT/EP 99/09774

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 7 C08G64/24 G11B7/24

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationsymbole)

IPK 7 C08G

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
Y	DATABASE WPI Section Ch, Week 199403 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A23, AN 1994-022980 XP002135668 & JP 05 331277 A (TEIJIN CHEM LTD), 14. Dezember 1993 (1993-12-14) Zusammenfassung	1-7
Y	DE 24 39 552 A (BAYER AG) 26. Februar 1976 (1976-02-26) Anspruch 1 Seite 1, Absatz 2 -Seite 2, Absatz 2 Seite 5, Absatz 2 -/-	1-7

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

18. April 2000

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

27/04/2000

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Krische, D

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inter. Pat. Anmeldezeichen

PCT/EP 99/09774

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	<p>US 5 633 060 A (TOKUDA, TOSHIMASA ET AL) 27. Mai 1997 (1997-05-27) in der Anmeldung erwähnt Ansprüche 1,20; Beispiel 1</p>	4-7

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichung

die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 99/09774

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(r) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
JP 5331277	A	14-12-1993	KEINE		
DE 2439552	A	26-02-1976	KEINE		
US 5633060	A	27-05-1997	JP	8073584 A	19-03-1996
			JP	8081549 A	26-03-1996
			JP	8293128 A	05-11-1996
			EP	0691361 A	10-01-1996
			EP	0931804 A	28-07-1999